

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-38141

(P2002-38141A)

(43)公開日 平成14年2月6日 (2002.2.6)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード [*] (参考)
C 0 9 K 11/06	6 4 0	C 0 9 K 11/06	6 4 0 3 K 0 0 7
	6 5 0		6 5 0 4 C 0 5 0
	6 5 5		6 5 5 4 C 0 6 5
	6 8 0		6 8 0

C 0 7 D 235/18

C 0 7 D 235/18

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 20 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2000-229125(P2000-229125)

(71)出願人 000005201

富士写真フィルム株式会社

神奈川県南足柄市中沼210番地

(22)出願日 平成12年7月28日 (2000.7.28)

(72)発明者 伊勢 俊大

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真

フィルム株式会社内

(74)代理人 100105647

弁理士 小栗 昌平 (外4名)

最終頁に続く

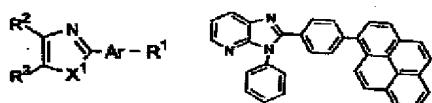
(54)【発明の名称】 新規縮合ヘテロ環化合物、発光素子材料およびそれを使用した発光素子

(57)【要約】 (修正有)

【課題】色純度に優れた発光素子材料および蛍光強度の
強い青色蛍光発光を示す化合物を提供する。

【解決手段】式(I)で表される化合物を用いる。

一般式(I)具体例



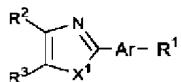
(式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が
縮合した縮合多環基を表す。R²、R³はH又は置換基を
表し、R²とR³は互いに結合して環を形成しても良い。
Arはアリーレン基または二価のヘテロ環基を表す。X
¹はO、S、Se、Te又はN—R (RはHまたは置換基を表
す。)を表す。)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式(I)で表される化合物であることを特徴とする発光素子材料。

【化1】

一般式(I)

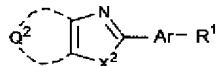


(式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。R²、R³は水素原子または置換基を表し、R²とR³は互いに結合して環を形成しても良い。Arはアリーレン基または二価のヘテロ環基を表す。X¹はO、S、Se、TeまたはN—R(Rは水素原子または置換基を表す。)を表す。)を表す。)

【請求項2】 下記一般式(II)で表される化合物であることを特徴とする発光素子材料。

【化2】

一般式(II)

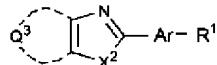


(式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。Q²は芳香環を形成するのに必要な原子群を表す。Arはアリーレン基または二価のヘテロ環基を表す。X²はO、SまたはN—R(Rは水素原子または置換基を表す。)を表す。)を表す。)

【請求項3】 下記一般式(III)で表される化合物であることを特徴とする発光素子材料。

【化3】

一般式(III)

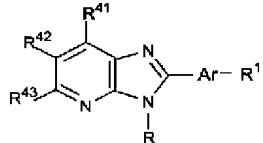


(式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。Q³は芳香族ヘテロ環を形成するのに必要な原子群を表す。Arはアリーレン基または二価のヘテロ環基を表す。X²はO、SまたはN—R(Rは水素原子または置換基を表す。)を表す。)を表す。)

【請求項4】 下記一般式(IV)で表される化合物。

【化4】

一般式(IV)



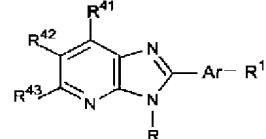
(式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。R、R⁴¹～R⁴³は水素原子または置換基を表す。Arはアリーレン基または二価のヘテロ環基を表す。)を表す。)

10 (式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。R、R⁴¹～R⁴³は水素原子または置換基を表す。Arはアリーレン基または二価のヘテロ環基を表す。)を表す。)

【請求項5】 下記一般式(IV)で表される化合物であることを特徴とする発光素子材料。

【化5】

一般式(IV)

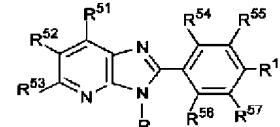


10 (式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。R、R⁴¹～R⁴³は水素原子または置換基を表す。Arはアリーレン基または二価のヘテロ環基を表す。)を表す。)

【請求項6】 下記一般式(V)で表される化合物。

【化6】

一般式(V)



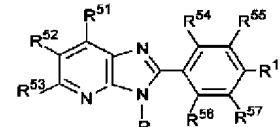
20

(式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。R、R⁵¹～R⁵⁷は水素原子または置換基を表す。)を表す。)

【請求項7】 下記一般式(V)で表される化合物であることを特徴とする発光素子材料。

【化7】

一般式(V)



30

(式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。R、R⁵¹～R⁵⁷は水素原子または置換基を表す。)を表す。)

【請求項8】 一对の電極間に発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物薄層を形成した発光素子において、少なくとも一層が請求項1～7に記載の一般式(I)～(V)で表される化合物の少なくとも一種を含有する層であることを特徴とする発光素子。

40 (I)～(V)で表される化合物の少なくとも一種を含む層であることを特徴とする発光素子。

【請求項9】 一对の電極間に発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物薄層を形成した発光素子において、少なくとも一層が請求項1～7に記載の一般式(I)～(V)で表される化合物の少なくとも一種をボリマー中に分散した層であることを特徴とする発光素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

50 【発明の属する技術分野】 本発明は、フィルター用染

料、色変換フィルター、写真感光材料染料、増感色素、パルプ染色用染料、レーザー色素、医療診断用蛍光薬剤、発光素子用材料等として用いるに適した化合物および、バックライト、フラットパネルディスプレイ、照明光源、表示素子、電子写真、有機半導体レーザー、記録光源、露光光源、読み取り光源、標識、看板などの分野に利用可能な発光素子に関するものである。

【0002】

【従来の技術】今日、研究開発が行われている種々の発光素子の中で、有機電界発光(EL)素子は、低電圧駆動で高輝度の発光が得られることから、近年活発な研究開発が行われている。一般に有機EL素子は、発光層及び該層を挟んだ一対の対向電極から構成されており、陰極から注入された電子と陽極から注入されたホールが発光層において再結合し、生成した励起子からの発光を利用するものである。

【0003】現在、低電圧で高輝度に発光する有機EL素子はTangらによって示された積層構造を有するものであり(アプライド フィジックス レターズ、51巻、913頁、1987年)。この素子は、電子輸送兼発光材料とホール輸送材料を積層させることにより、高輝度の緑色発光を得ており、6~7Vの直流電圧で、輝度は数千cd/m²に達している。しかしながら、フルカラーディスプレイ、光源としての利用を考えた場合、実用上は三原色あるいは白色を出す必要があるが、上記の素子は発光材料として8-キノリノールのA1錯体(A1q)を用いており、発光色は緑色に限られており、他の発光色の発光素子の開発が望まれている。これまで緑色以外に発光する発光材料が種々開発されているものの、発光輝度、発光効率が低い、耐久性が低いなどの問題があった。

【0004】また、色純度が良好で発光効率が高い従来の素子は電荷輸送材料中に蛍光性色素を微量ドープしたものであり、製造上、素子特性の再現性に問題があることや、色素の耐久性が低いために長時間使用した場合に輝度の低下、色変化が起こるなどの問題があった。これを解決する手段として電荷輸送機能と発光機能を兼ね備えた材料の開発が望まれているが、これまで開発された材料では蛍光性色素を高濃度で用いると、会合等により輝度が低下する等の問題があった。

【0005】一方、有機発光素子において高輝度発光を実現しているものは有機物質を真空蒸着によって積層している素子であるが、製造工程の簡略化、加工性、大面積化等の観点から塗布方式による素子作製が望ましい。しかしながら、従来の塗布方式で作製した素子では発光輝度、発光効率の点で蒸着方式で作製した素子に劣っており、高輝度、高効率発光化が大きな課題となっていた。

【0006】また、近年、フィルター用染料、色変換フィルター、写真感光材料染料、増感色素、パルプ染色用

染料、レーザー色素、医療診断用蛍光薬剤、有機発光素子材料等に蛍光を有する物質が種々用いられ、その需要が高まっているが、青色の色純度が高く、且つ蛍光強度の強い化合物は少なく、新たな材料開発が望まれていた。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明の第一の目的は、低電圧駆動で高輝度、高効率の発光が可能で、繰り返し使用時での安定性の優れた発光素子材料および発光素子の提供にある。本発明の第二の目的は、色純度に優れた発光素子、およびそれを可能にする発光素子材料の提供にある。本発明の第三の目的は、蛍光強度の強い、青色蛍光発光を示す化合物を提供することにある。

【0008】

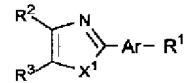
【課題を解決するための手段】この課題は下記手段によって達成された。

【0009】〔1〕下記一般式(I)で表される化合物であることを特徴とする発光素子材料。

【0010】

【化8】

一般式(I)



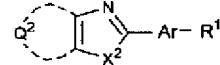
【0011】(式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。R²、R³は水素原子または置換基を表し、R²とR³は互いに結合して環を形成しても良い。Arはアリーレン基または二価のヘテロ環基を表す。X¹はO、S、Se、TeまたはN-R(Rは水素原子または置換基を表す。)を表す。)

〔2〕下記一般式(II)で表される化合物であることを特徴とする発光素子材料。

【0012】

【化9】

一般式(II)

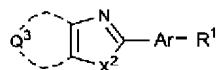


【0013】(式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。Q²は芳香環を形成するのに必要な原子群を表す。Arはアリーレン基または二価のヘテロ環基を表す。X²はO、SまたはN-R(Rは水素原子または置換基を表す。)を表す。)

〔3〕下記一般式(III)で表される化合物であることを特徴とする発光素子材料。

【0014】

【化10】

5
一般式(III)

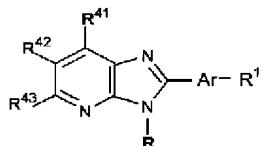
【0015】(式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。Q³は芳香族ヘテロ環を形成するのに必要な原子群を表す。Ar-rはアリーレン基または二価のヘテロ環基を表す。X²はO、SまたはN-R(Rは水素原子または置換基を表す。)を表す。)

〔4〕下記一般式(IV)で表される化合物。

【0016】

【化11】

一般式(IV)



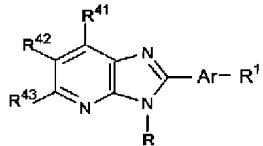
【0017】(式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。R、R⁴¹～R⁴⁴は水素原子または置換基を表す。Ar-rはアリーレン基または二価のヘテロ環基を表す。)

〔5〕下記一般式(IV)で表される化合物であることを特徴とする発光素子材料。

【0018】

【化12】

一般式(IV)



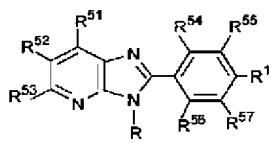
【0019】(式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。R、R⁴¹～R⁴⁴は水素原子または置換基を表す。Ar-rはアリーレン基または二価のヘテロ環基を表す。)

〔6〕下記一般式(V)で表される化合物。

【0020】

【化13】

一般式(V)



【0021】(式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。R、R⁵¹～R⁵⁹は水素原子または置換基を表す。)

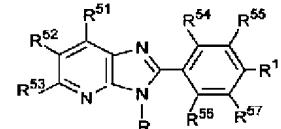
〔7〕下記一般式(V)で表される化合物であることを

6
特徴とする発光素子材料。

【0022】

【化14】

一般式(V)



10 【0023】(式中、R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。R、R⁵¹～R⁵⁹は水素原子または置換基を表す。)

〔8〕一対の電極間に発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物薄層を形成した発光素子において、少なくとも一層が前項〔1〕～〔7〕に記載の一般式(I)～(V)で表される化合物の少なくとも一種を含有する層であることを特徴とする発光素子。

〔9〕一対の電極間に発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物薄層を形成した発光素子において、少なくとも一層が前項〔1〕～〔7〕に記載の一般式(I)～(V)で表される化合物の少なくとも一種をポリマー中に分散した層であることを特徴とする発光素子。

【0024】

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳細に説明する。まず、本発明の一般式(I)で表される化合物について説明する。R¹は二環以上の芳香環(ヘテロ環を含む)が縮合した縮合多環基を表す。

【0025】R¹で表される縮合多環基は、縮合多環炭化水素基(好ましくは炭素数10～32、より好ましくは炭素数10～24、さらに好ましくは炭素数10～16であり、例えばナフチル基、フェナントリル基、アントリル基、ピレニル基、ペリレニル基、コロネニル基、オバレニル基等が挙げられる。)、縮合多環ヘテロ環基(好ましくは炭素数10～32、より好ましくは炭素数10～24、さらに好ましくは炭素数10～16であり、例えばキノリル基、イソキノリル基、シンノリニル基、フタラジリニル基、キナゾリニル基、キノキサリル基、アクリジニル基、フェナントリジニル基等が挙げられる。)であり、好ましくは縮合多環炭化水素基であり、より好ましくはフェナントリル基、アントリル基、ピレニル基であり、さらに好ましくはフェナントリル基、ピレニル基である。

40 【0026】R¹で表される縮合多環基は置換基を有していても良く、置換基としては、例えばアルキル基(好ましくは炭素数1～20、より好ましくは炭素数1～12、特に好ましくは炭素数1～8であり、例えばメチル、エチル、iso-プロピル、tert-ブチル、n-オクチル、n-デシル、n-ヘキサデシル、シクロプロピル、シクロペンチル、シクロヘキシル等が挙げられる。)、アルケニル基(好ましくは炭素数2～20、よ

50

り好ましくは炭素数2～12、特に好ましくは炭素数2～8であり、例えばビニル、アリル、2-ブチニル、3-ペンテニル等が挙げられる。）、アルキニル基（好ましくは炭素数2～20、より好ましくは炭素数2～12、特に好ましくは炭素数2～8であり、例えばプロパルギル、3-ペンチニル等が挙げられる。）、アリール基（好ましくは炭素数6～30、より好ましくは炭素数6～20、特に好ましくは炭素数6～12であり、例えばフェニル、p-メチルフェニル、ナフチル等が挙げられる。）、アミノ基（好ましくは炭素数0～20、より好ましくは炭素数0～12、特に好ましくは炭素数0～6であり、例えばアミノ、メチルアミノ、ジメチルアミノ、ジエチルアミノ、ジフェニルアミノ、ジベンジルアミノ等が挙げられる。）、アルコキシ基（好ましくは炭素数1～20、より好ましくは炭素数1～12、特に好ましくは炭素数1～8であり、例えばメトキシ、エトキシ、ブトキシ等が挙げられる。）、アリールオキシ基（好ましくは炭素数6～20、より好ましくは炭素数6～16、特に好ましくは炭素数6～12であり、例えばフェニルオキシ、2-ナフチルオキシ等が挙げられる。）、アシル基（好ましくは炭素数1～20、より好ましくは炭素数1～16、特に好ましくは炭素数1～12であり、例えばアセチル、ベンゾイル、ホルミル、ピバコイル等が挙げられる。）、アルコキシカルボニル基（好ましくは炭素数2～20、より好ましくは炭素数2～16、特に好ましくは炭素数2～12であり、例えばメトキシカルボニル、エトキシカルボニル等が挙げられる。）、アリールオキシカルボニル基（好ましくは炭素数7～20、より好ましくは炭素数7～16、特に好ましくは炭素数7～10であり、例えばフェニルオキシカルボニルなどが挙げられる。）、アシルオキシ基（好ましくは炭素数2～20、より好ましくは炭素数2～16、特に好ましくは炭素数2～10であり、例えばアセトキシ、ベンゾイルオキシ等が挙げられる。）、アシルアミノ基（好ましくは炭素数2～20、より好ましくは炭素数2～16、特に好ましくは炭素数2～10であり、例えばアセチルアミノ、ベンゾイルアミノ等が挙げられる。）、アルコキシカルボニルアミノ基（好ましくは炭素数2～20、より好ましくは炭素数2～16、特に好ましくは炭素数2～12であり、例えばメトキシカルボニルアミノ等が挙げられる。）、アリールオキシカルボニルアミノ基（好ましくは炭素数7～20、より好ましくは炭素数7～16、特に好ましくは炭素数7～12であり、例えばフェニルオキシカルボニルアミノ等が挙げられる。）、スルホニルアミノ基（好ましくは炭素数1～20、より好ましくは炭素数1～16、特に好ましくは炭素数1～12であり、例えばメタノスルホニルアミノ、ベンゼンスルホニルアミノ等が挙げられる。）、スルファモイル基（好ましくは炭素数0～20、より好ましくは炭素数0～16、特に好ましくは炭

素数0～12であり、例えばスルファモイル、メチルスルファモイル、ジメチルスルファモイル、フェニルスルファモイル等が挙げられる。）、カルバモイル基（好ましくは炭素数1～20、より好ましくは炭素数1～16、特に好ましくは炭素数1～12であり、例えばカルバモイル、メチルカルバモイル、ジエチルカルバモイル、フェニルカルバモイル等が挙げられる。）、アルキルチオ基（好ましくは炭素数1～20、より好ましくは炭素数1～16、特に好ましくは炭素数1～12であり、例えばメチルチオ、エチルチオ等が挙げられる。）、アリールチオ基（好ましくは炭素数6～20、より好ましくは炭素数6～16、特に好ましくは炭素数6～12であり、例えばフェニルチオ等が挙げられる。）、スルホニル基（好ましくは炭素数1～20、より好ましくは炭素数1～16、特に好ましくは炭素数1～12であり、例えばメシル、トシル等が挙げられる。）、スルフィニル基（好ましくは炭素数1～20、より好ましくは炭素数1～16、特に好ましくは炭素数1～12であり、例えばメタンスルフィニル、ベンゼンスルフィニル等が挙げられる。）、ウレイド基（好ましくは炭素数1～20、より好ましくは炭素数1～16、特に好ましくは炭素数1～12であり、例えばウレイド、メチルウレイド、フェニルウレイド等が挙げられる。）、リン酸アミド基（好ましくは炭素数1～20、より好ましくは炭素数1～16、特に好ましくは炭素数1～12であり、例えばジエチルリン酸アミド、フェニルリン酸アミド等が挙げられる。）、ヒドロキシ基、メルカプト基、ハロゲン原子（例えばフッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子）、シアノ基、スルホ基、カルボキシル基、ニトロ基、ヒドロキサム酸基、スルフィノ基、ヒドラジノ基、イミノ基、ヘテロ環基（好ましくは炭素数1～30、より好ましくは炭素数1～12であり、ヘテロ原子としては、例えば窒素原子、酸素原子、硫黄原子を含むものであり具体的には例えばイミダゾリル、ピリジル、キノリル、フリル、チエニル、ピペリジル、モルホリノ、ベンゾオキサゾリル、ベンゾイミダゾリル、ベンゾチアゾリル、カルバゾリル等が挙げられる。）、シリル基（好ましくは炭素数3～40、より好ましくは炭素数3～30、特に好ましくは炭素数3～24であり、例えばトリメチルシリル、トリフェニルシリル等が挙げられる。）等が挙げられる。これらの置換基は更に置換されても良い。また置換基が二つ以上ある場合は、同一でも異なっていても良い。また、可能な場合には互いに連結して環を形成していくても良い。

【0027】R²およびR³は水素原子または置換基を表す。置換基としては例えばR¹の置換基として示したものが挙げられる。R²およびR³は互いに結合して環を形成した方が好ましい。R²およびR³で形成される環として好ましくは芳香環であり、より好ましくは芳香族ヘテロ環であり、さらに好ましくは含窒素芳香族ヘテロ環で

あり、さらに好ましくは6員の含窒素芳香族ヘテロ環である。

【0028】R²およびR³で形成される環としては例えば、ベンゼン環、ピリジン環、ピラジン環、ピリミジン環、ピリダジン環、ピロール環、チオフェン環、フラン環等が挙げられ、好ましくはピリジン環、ピラジン環、ピロール環、チオフェン環であり、より好ましくはピリジン環、ピラジン環であり、さらに好ましくはピリジン環である。

【0029】R²およびR³で形成される環はさらに多くの環と縮合環を形成しても良く、また置換基を有していても良い。置換基としてはR¹の置換基として挙げたものが適用でき、好ましくはアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アリール基、アミノ基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アシル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基、アシルアミノ基、アルコキシカルボニルアミノ基、アリールオキシカルボニルアミノ基、スルホニルアミノ基、スルファモイル基、カルバモイル基、アルキルチオ基、アリールチオ基、スルホニル基、ハロゲン原子、シアノ基、ヘテロ環基であり、より好ましくはアルキル基、アルケニル基、アリール基、アルコキシ基、アリールオキシ基、ハロゲン原子、シアノ基、ヘテロ環基であり、更に好ましくはアルキル基、アリール基、アルコキシ基、アリールオキシ基、芳香族ヘテロ環基であり、特に好ましくはアルキル基、アリール基、アルコキシ基、芳香族ヘテロ環基である。

【0030】Arはアリーレン基、または二価の芳香族ヘテロ環基を表す。アリーレン基としては例えば、フェニレン基、ナフチレン基、アントリレン基等が挙げられ、二価の芳香族ヘテロ環基としては、チオフェン環、フラン環、セレノフェン環、ピリジン環、ピラジン環、オキサジアゾール環、チアジアゾール環、オキサゾール環、チアゾール環、トリアゾール環等からなる二価基が挙げられる。Arとして好ましくはフェニレン基、及びチオフェン環、ピリジン環、オキサジアゾール環、トリアゾール環からなる二価の芳香族ヘテロ環基であり、より好ましくは、フェニレン基、及びチオフェン環、オキサジアゾール環、トリアゾール環からなる二価の芳香族ヘテロ環基であり、さらに好ましくはフェニレン基である。

【0031】Arで表されるアリーレン基、二価の芳香族ヘテロ環基はさらに他の環と縮合環を有しても良く、置換基を有しても良い。置換基としてはR¹の置換基として挙げたものが適用でき、好ましい範囲はR²とR³で形成される環の置換基と同様である。

【0032】X¹はO、S、Se、Te、N-Rを表す。Rは水素原子または置換基を表す。Rで表される置換基として好ましくは、アルキル基（好ましくは炭素数1～20、より好ましくは炭素数1～12、特に好まし

くは炭素数1～8であり、例えばメチル、エチル、i-s-o-プロピル、tert-ブチル、n-オクチル、n-デシル、n-ヘキサデシル、シクロプロピル、シクロペニル、シクロヘキシル等が挙げられる。）、アルケニル基（好ましくは炭素数2～20、より好ましくは炭素数2～12、特に好ましくは炭素数2～8であり、例えばビニル、アリル、2-ブテニル、3-ペンテニル等が挙げられる。）、アルキニル基（好ましくは炭素数2～20、より好ましくは炭素数2～12、特に好ましくは炭素数2～8であり、例えばプロパルギル、3-ペンチニル等が挙げられる。）、アリール基（好ましくは炭素数6～30、より好ましくは炭素数6～20、特に好ましくは炭素数6～12であり、例えばフェニル、2-メチルフェニル、3-メチルフェニル、4-メチルフェニル、4-メトキシフェニル、3-トリフルオロメチルフェニル、2-フェニルフェニル、ベンタフルオロフェニル、1-ナフチル、2-ナフチル等が挙げられる。）、单環または縮環のヘテロ環基（好ましくは炭素数1～20、より好ましくは炭素数1～12、更に好ましくは炭素数2～10のヘテロ環基であり、更に好ましくは窒素原子、酸素原子、硫黄原子、セレン原子の少なくとも一つを含む芳香族ヘテロ環基であり、例えばピロリジン、ピペリジン、ピペラジン、モルフォリン、チオフェン、セレノフェン、フラン、ピロール、イミダゾール、ピラゾール、ピリジン、ピラジン、ピリダジン、ピリミジン、トリアゾール、トリアジン、インドール、インダゾール、プリン、チアゾリン、チアゾール、チアジアゾール、オキサゾリン、オキサゾール、オキサジアゾール、キノリン、イソキノリン、フタラジン、ナフチリジン、キノキサリン、キナゾリン、シンノリン、ブテリジン、アクリジン、フェナントロリン、フェナジン、テトラゾール、ベンゾイミダゾール、ベンゾオキサゾール、ベンゾチアゾール、ベンゾトリアゾール、テトラザインデン、カルバゾール等が挙げられる。）であり、より好ましくは、アルキル基、アリール基、芳香族ヘテロ環基であり、更に好ましくはアリール基である。

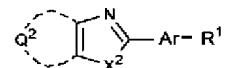
【0033】X¹として好ましくはO、S、N-Rであり、より好ましくはN-Rであり、特に好ましくはRがアリール基であるN-R基である。

【0034】一般式（I）で表される化合物のうち、好ましくは下記一般式（II）で表される化合物である。

【0035】

【化15】

一般式（II）



【0036】式中、R¹、Arはそれぞれ一般式（I）におけるそれらと同義であり、また、好ましい範囲も同様である。X²はO、S、N-Rを表す。Rは一般式

11

(I)におけるそれと同義であり、好ましい範囲も同様である。X²として好ましくはN-Rであり、特に好ましくはRがアリール基であるN-R基である。

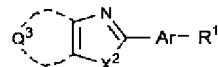
【0037】Q²は芳香環を形成するのに必要な原子群を表す。Q²で形成される芳香環として好ましくは芳香族ヘテロ環であり、さらに好ましくは含窒素芳香族ヘテロ環であり、さらに好ましくは6員の含窒素芳香族ヘテロ環である。Q²で形成される芳香環としては例えば、ベンゼン環、ピリジン環、ピラジン環、ピリミジン環、ピリダジン環、ピロール環、チオフェン環、フラン環等が挙げられ、好ましくはピリジン環、ピラジン環、ピロール環、チオフェン環であり、より好ましくはピリジン環、ピラジン環であり、さらに好ましくはピリジン環である。Q²で形成される環はさらに他の環と縮合環を形成しても良く、また置換基を有していても良い。置換基としては一般式(I)におけるR²とR³で形成される環の置換基として挙げたものが適用でき、また好ましい範囲も同様である。

【0038】一般式(I)で表される化合物のうち、更に好ましくは下記一般式(III)で表される化合物である。

【0039】

【化16】

一般式(III)



【0040】式中、R¹、Ar、X²はそれぞれ一般式(II)におけるそれらと同義であり、また、好ましい範囲も同様である。Q³は芳香族ヘテロ環を形成するに必要な原子群を表す。Q³で形成される芳香族ヘテロ環として好ましくは6員の含窒素芳香族ヘテロ環である。Q³で形成される芳香族ヘテロ環としては例えばピリジン環、ピラジン環、ピリミジン環、ピリダジン環、ピロール環、チオフェン環、フラン環等が挙げられ、好ましくはピリジン環、ピラジン環、ピロール環、チオフェン環であり、より好ましくはピリジン環、ピラジン環であり、さらに好ましくはピリジン環である。Q³で形成される環はさらに他の環と縮合環を形成しても良く、また置換基を有していても良い。置換基としては一般式(I)におけるR²とR³で形成される環の置換基として挙げたものが適用でき、また好ましい範囲も同様である。

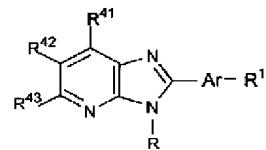
【0041】一般式(I)で表される化合物のうち、更に好ましくは下記一般式(IV)で表される化合物である。

【0042】

【化17】

12

一般式(IV)



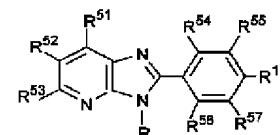
【0043】式中、R¹、Ar、Rはそれぞれ一般式(I)におけるそれらと同義であり、また、好ましい範囲も同様である。R⁴¹～R⁴³は水素原子または置換基を表し、置換基としては一般式(I)におけるR¹の置換基として挙げたものが適用でき、R⁴¹～R⁴³として好ましくは水素原子、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アリール基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アシル基、ハロゲン原子、シアノ基、ヘテロ環基、シリル基であり、より好ましくは水素原子、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アリール基、アルコキシ基、アリールオキシ基、ハロゲン原子、シアノ基、芳香族ヘテロ環基であり、更に好ましくは水素原子、アルキル基、アリール基、芳香族ヘテロ環基であり、特に好ましくは水素原子である。また、可能な場合には置換基同士が連結して環を形成していても良い。

【0044】一般式(I)で表される化合物のうち、もっとも好ましくは下記一般式(V)で表される化合物である。

【0045】

【化18】

一般式(V)



【0046】式中、R¹、Rはそれぞれ一般式(I)におけるそれと同義であり、また好ましい範囲も同様である。R⁵¹～R⁵⁷は水素原子または置換基を表し、置換基としては一般式(I)におけるR¹の置換基として挙げたものが適用できる。R⁵¹～R⁵⁷の好ましい範囲は一般式(IV)におけるR⁴¹～R⁴³と同様であり、可能な場合には置換基同士が連結して環を形成していても良い。

【0047】また、一般式(I)～(V)で表される化合物は低分子であっても良いし、残基がポリマー主鎖に接続された高分子量化合物(好ましくは重量平均分子量1000～5000000、より好ましくは5000～2000000、更に好ましくは10000～1000000)もしくは、本発明の化合物を主鎖に持つ高分子量化合物(好ましくは重量平均分子量1000～5000000、より好ましくは5000～2000000、更に好ましくは10000～1000000)であっても良い。高分子量化合物の場合はホモポリマーであっても良いし、他のポリマーとの共重合体であっても良く、

13

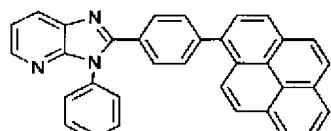
共重合体である場合はランダム共重合体であっても、ブロック共重合体であっても良い。

【0048】以下に本発明の一般式(I)で表される化合物の具体例を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。

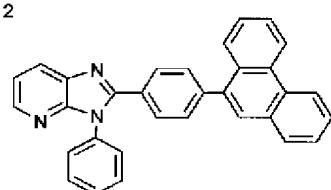
【0049】

【化19】

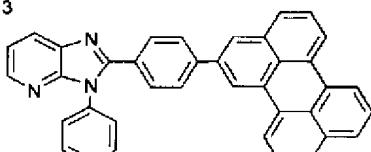
1



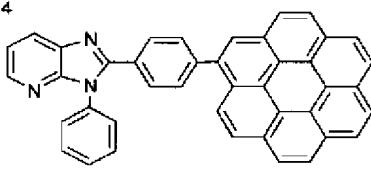
2



3



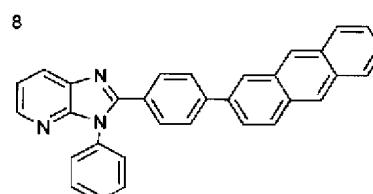
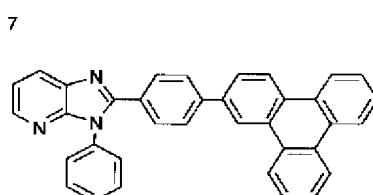
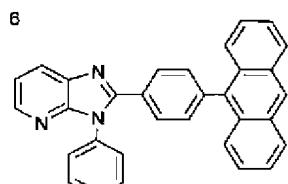
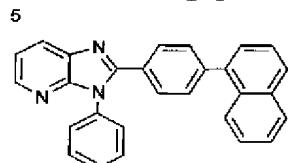
4



【0050】

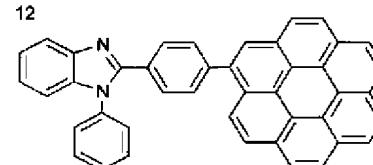
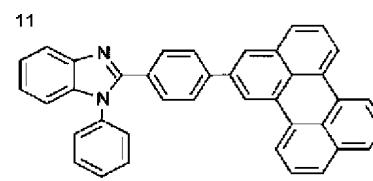
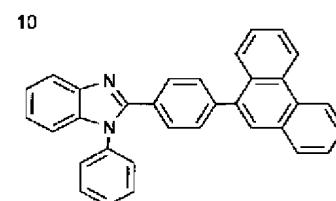
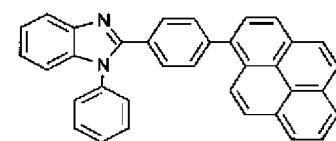
【化20】

14



【0051】

【化21】



40

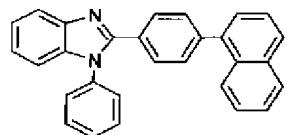
50

15

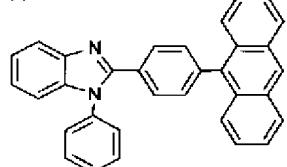
【0052】

【化22】

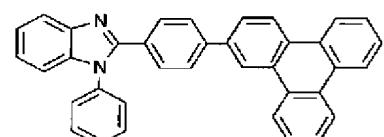
13



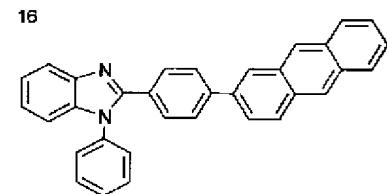
14



15



16



【0053】

【化23】

10

20

30

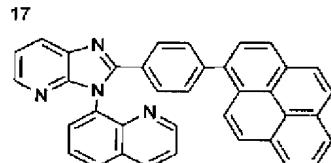
22

40

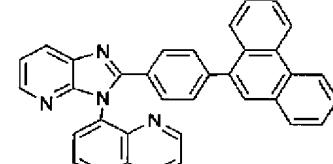
24

50

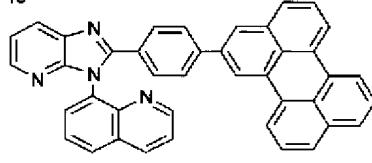
16



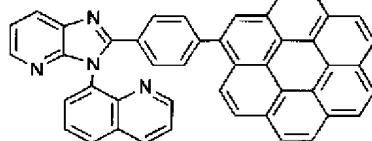
18



19



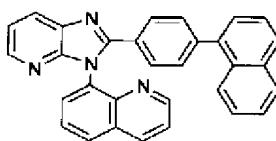
20



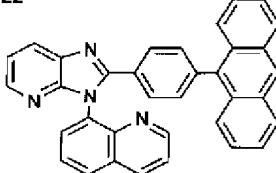
【0054】

【化24】

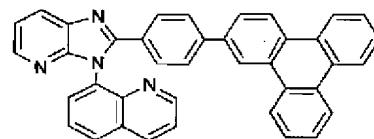
21



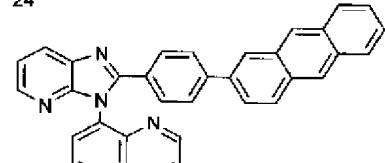
22



23



24



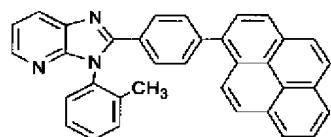
50

17

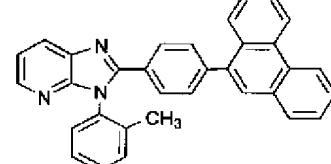
【0055】

【化25】

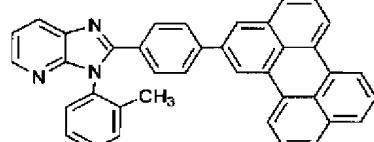
25



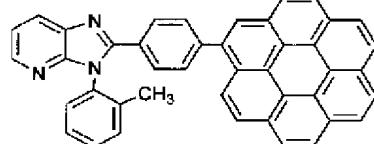
26



27



28

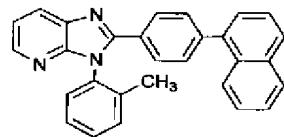


【0056】

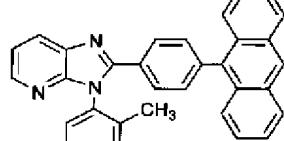
【化26】

10

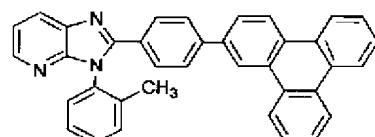
29



30

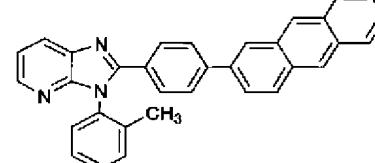


31



20

32

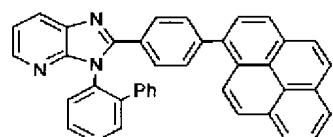


【0057】

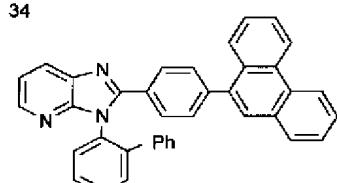
【化27】

33

30

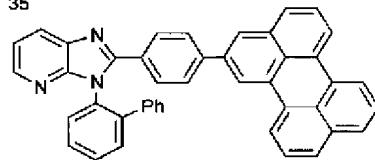


34



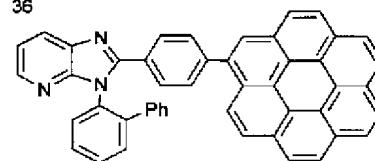
40

35



50

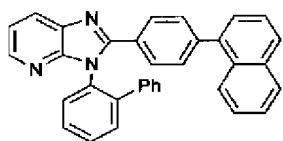
36



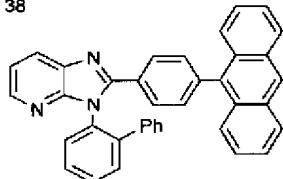
【0058】

【化28】

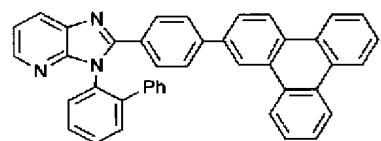
37



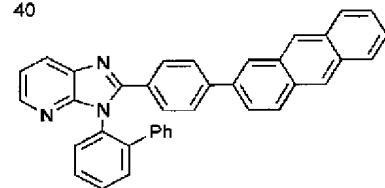
38



39



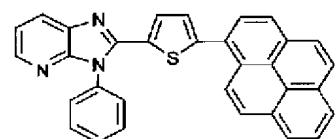
40



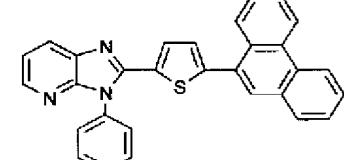
10

20

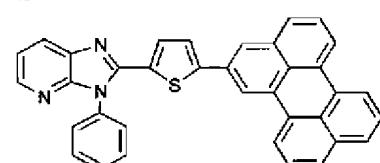
41



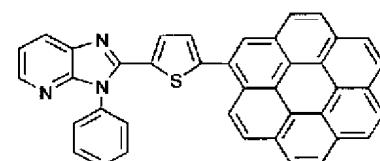
42



43



44

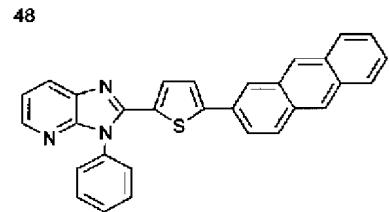
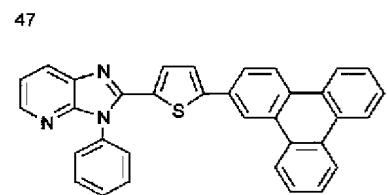
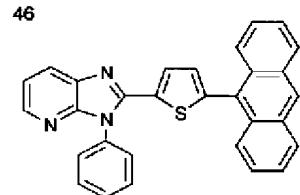
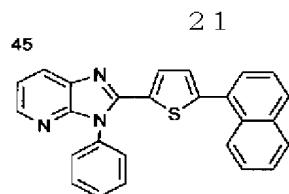


【0060】

【化30】

【0059】

【化29】



【0061】
【化31】

10

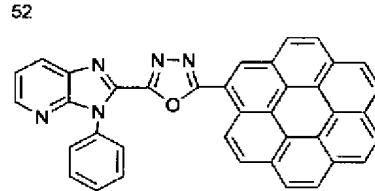
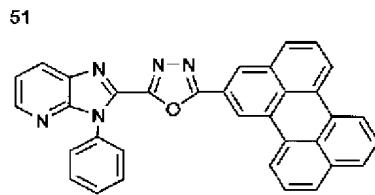
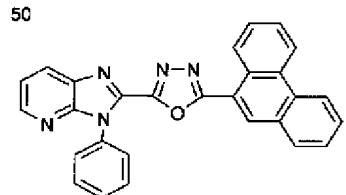
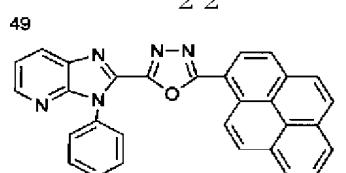
20

30

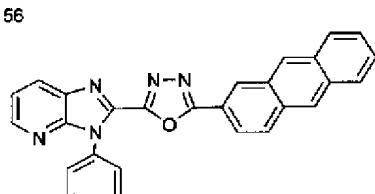
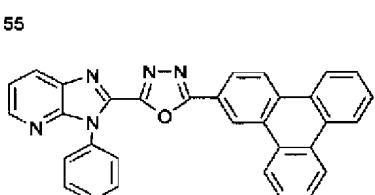
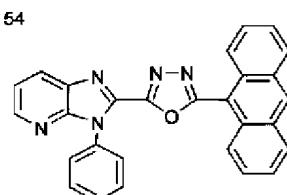
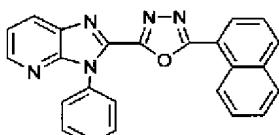
40

50

21



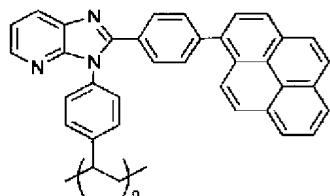
【0062】
【化32】



〔0063〕

【化33】

57

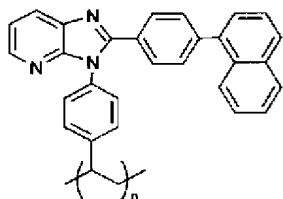


重量平均分子量 10,000 (ポリスチレン換算)

[0064]

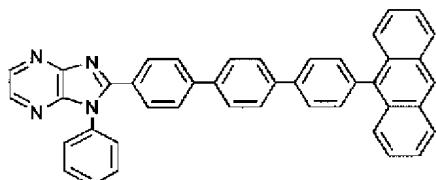
【化34】

58



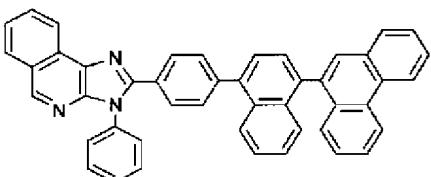
重量平均分子量 6,500 (ポリスチレン換算)

59



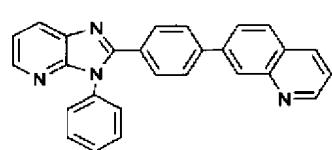
10

61

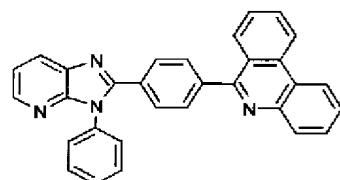


20

30

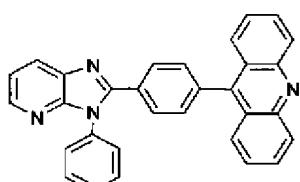
25
61

62

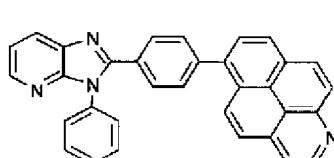


26

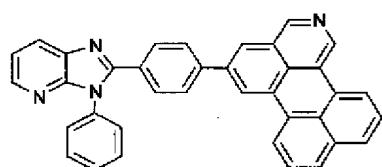
63



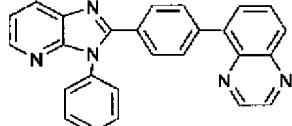
64



65

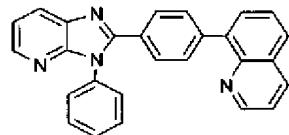
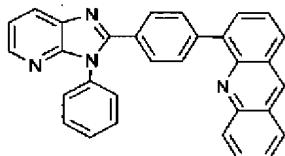


66

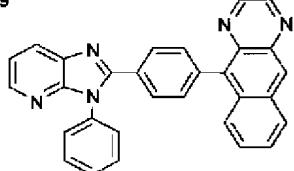


【0065】

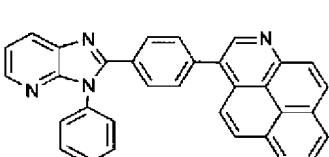
67

* * 【化35】
68

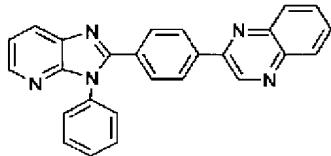
69



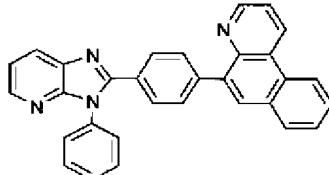
70



71

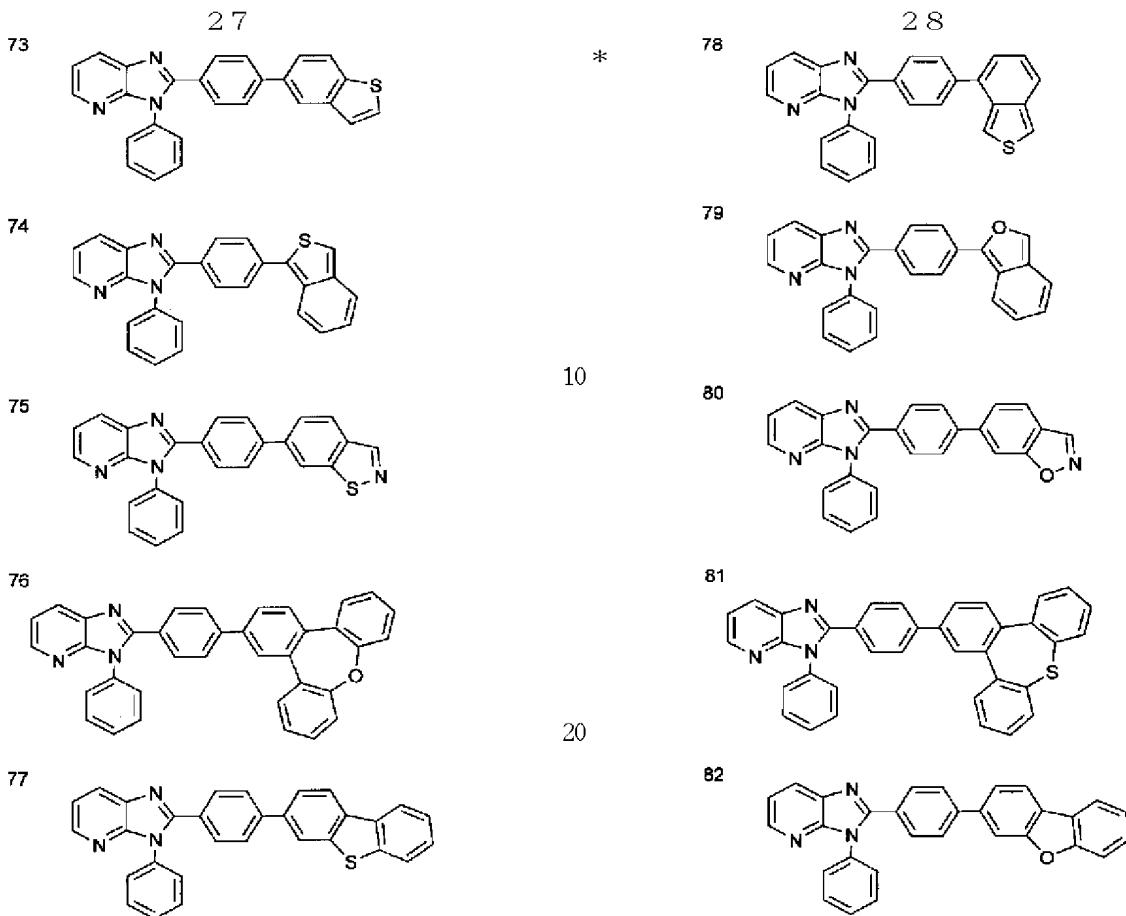


72



【0066】

【化36】



【0067】

【化37】

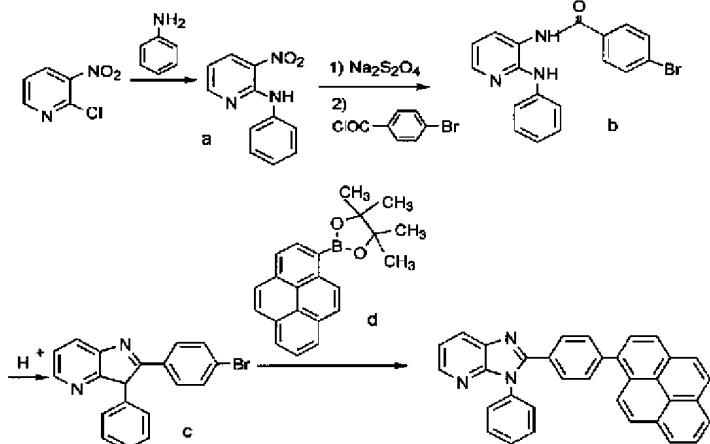
【0068】上記化合物はその互変異性体であっても良い。

【0069】次に本発明の一般式(I)に示される化合物の合成法について具体例を示して説明する。

30 合成例1. 例示化合物1の合成

【0070】

【化38】



例示化合物1

【0071】1-1. 化合物aの合成

2-クロロ-3-ニトロピリジン50.8g(0.32モル)、炭酸カリウム90.8g(0.657モル)、ヨウ化銅(I)7.90g(0.0416モル)

※ル)、トルエン300ミリリットルを室温にて窒素雰囲気下攪拌しているところに、アニリン45.7g(0.490モル)を加えた。5時間加熱還流した後、反応液を沪過し、沪液を減圧濃縮した。シリカゲルカラムクロ

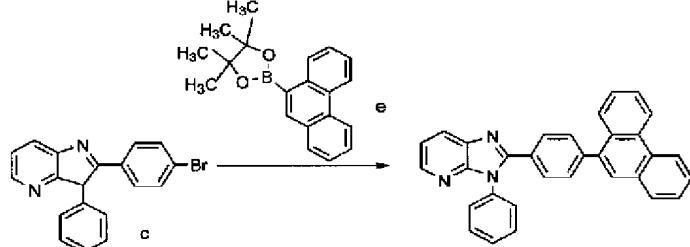
マトグラフィー(展開溶媒:クロロホルム)にて精製した後、クロロホルム/ヘキサンにて再結晶することにより化合物aを45.7g(0.21モル)得た。収率66%。

1-2. 化合物bの合成

化合物a 60.0g(0.232モル)をテトラヒドロフラン500ミリリットルに溶解させ、窒素雰囲気下、室温で攪拌しているところに、ハイドロサルファイトナトリウム200g(1.149モル)/水700ミリリットルの溶液を滴下した。更にメタノール50ミリリットルを加えて、1時間攪拌した。次に、酢酸エチル50.0ミリリットルを加えて、炭酸水素ナトリウム40g(0.476モル)/水400ミリリットルの溶液を加えた。更に4-ブロモベンゼイルクロリド61g(0.232モル)/酢酸エチル170ミリリットルの溶液を滴下し、室温で5時間攪拌した。酢酸エチルで抽出し、水、飽和食塩水で順次洗浄した後、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、溶媒を減圧留去した。シリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:クロロホルム)で精製した後、クロロホルム/ヘキサンで再結晶することにより化合物bを58.9g(0.16モル)得た。収率69%。

【0072】1-3. 化合物cの合成

化合物b 59.5g(0.16モル)をキシレン1リットル



例示化合物2

【0076】化合物c 500mg(1.43ミリモル)とフェナントレンホウ酸エステルe 477mg(1.57ミリモル)をジエチレングリコールジメチルエーテル(20ミリリットル)と水(10ミリリットル)の混合溶媒中に懸濁させ、炭酸ナトリウム333mg(3.15ミリモル)、パラジウムカーボン1.5mg、トリフェニルホスフィン1.2mgを加え、2時間加熱還流した。反応混合物を熱時汎過して不溶物を取り除いた後、汎液を酢酸エチルで抽出した。有機層を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、溶媒を留去した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:クロロホルム)で精製し、例示化合物2を96mg(0.215ミリモル)得た。収率15%。融点: >300°C。

【0077】次に、本発明の化合物を含有する発光素子について説明する。本発明の化合物を含有する発光素子の有機層の形成方法は、特に限定されるものではない

※50

*トルに溶解させ、p-トルエンスルホン酸一水和物9.5g(0.05モル)を加え、窒素雰囲気下、5時間加熱還流しながら共沸脱水を行った。反応液を室温まで冷却した後、析出した固体を汎取し、エタノール/クロロホルムで再結晶することにより、化合物cを42.8g(0.12モル)得た。収率76%。

【0073】1-4. 例示化合物1の合成

化合物c 500mg(1.43ミリモル)とビレンホウ酸エステルd 515mg(1.57ミリモル)をジエチレングリコールジメチルエーテル(20ミリリットル)と水(10ミリリットル)の混合溶媒中に懸濁させ、炭酸ナトリウム333mg(3.15ミリモル)、パラジウムカーボン1.5mg、トリフェニルホスフィン1.2mgを加え、2時間加熱還流した。反応混合物を熱時汎過して不溶物を取り除いた後、汎液を酢酸エチルで抽出した。有機層を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、溶媒を留去した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:クロロホルム)で精製し、例示化合物1を224mg(0.475ミリモル)得た。収率33%。融点: >300°C

【0074】合成例2. 例示化合物2の合成

【0075】

【化39】

*が、抵抗加熱蒸着、電子ビーム、スパッタリング、分子積層法、コーティング法、インクジェット法、印刷法などの方法が用いられ、特性面、製造面を考えると抵抗加熱蒸着、コーティング法が好ましい。

【0078】本発明の化合物を発光素子用材料として用いた場合、ホール注入・輸送層、電子注入・輸送層、発光層のいずれに用いても良いが、発光層に用いることが好ましい。

【0079】本発明の発光素子は、陽極、陰極の一对の電極間に発光層、もしくは発光層を含む複数の有機化合物薄膜を形成した素子であり、発光層のほか正孔注入層、正孔輸送層、電子注入層、電子輸送層、保護層などを有してもよく、またこれらの各層はそれぞれ他の機能を備えたものであっても良い。各層の形成には種々の材料を用いることができる。

【0080】陽極は正孔注入層、正孔輸送層、発光層などに正孔を供給するものであり、金属、合金、金属酸化

物、電気伝導性化合物、またはこれらの混合物などを用いることができ、好ましくは仕事関数が4eV以上の材料である。具体例としては酸化スズ、酸化亜鉛、酸化インジウム、酸化インジウムスズ(ITO)などの導電性金属酸化物、あるいは金、銀、クロム、ニッケル等の金属、さらにこれらの金属と導電性金属酸化物との混合物、または積層物、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリアニリン、ポリチオフェン、ポリピロールなどの有機導電性材料、およびこれらとITOとの積層物などが挙げられ、好ましくは、導電性金属酸化物であり、特に、生産性、高導電性、透明性などの観点からITOが好ましい。陽極の膜厚は材料により適宜選択可能であるが、通常10nm～5μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは50nm～1μmであり、更に好ましくは100nm～500nmである。

【0081】陽極は通常、ソーダライムガラス、無アルカリガラス、透明樹脂基板などの上に層形成したものが用いられる。ガラスを用いる場合、その材質については、ガラスからの溶出イオンを少なくするため、無アルカリガラスを用いることが好ましい。また、ソーダライムガラスを用いる場合、シリカなどのバリアコートを施したものを使用することが好ましい。基板の厚みは機械的強度を保つのに充分な厚みであれば特に制限はないが、ガラスを用いる場合には、通常0.2mm以上、好ましくは0.7mm以上のものを用いる。陽極の作製には材料によって種々の方法が用いられるが、例えばITOの場合、電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、化学反応法(ゾルゲル法など)、ITOの分散物の塗布などの方法で膜形成される。陽極は洗浄その他の処理により、素子の駆動電圧を下げたり、発光効率を高めることも可能である。例えばITOの場合、UV-オゾン処理、プラズマ処理などが効果的である。

【0082】陰極は電子注入層、電子輸送層、発光層などに電子を供給するものであり、電子注入層、電子輸送層、発光層などの陰極と隣接する層との密着性やイオン化ポテンシャル、安定性などを考慮して選ばれる。陰極の材料としては金属、合金、金属酸化物、電気伝導性化合物、またはこれらの混合物を用いることができ、具体例としてはアルカリ金属(例えばLi、Na、K、Csなど)またはそのフッ化物、酸化物、アルカリ土類金属(例えばMg、Caなど)またはそのフッ化物、酸化物、金、銀、鉛、アルミニウム、ナトリウムーカリウム合金、またはそれらの混合金属、リチウムーアルミニウム合金、またはそれらの混合金属、マグネシウムー銀合金、またはそれらの混合金属、インジウム、イッテルビウムなどの希土類金属が挙げられ、好ましくは仕事関数が4eV以下の材料であり、より好ましくはアルミニウム、リチウムーアルミニウム合金、またはそれらの混合金属、マグネシウムー銀合金、またはそれらの混合金属などである。陰極の膜厚は材料により適宜選択可能であ

るが、通常10nm～5μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは50nm～1μmであり、更に好ましくは100nm～1μmである。陰極の作製には電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、コーティング法などの方法が用いられ、金属を単体で蒸着することも、二成分以上を同時に蒸着することもできる。さらに、複数の金属を同時に蒸着して合金電極を形成することも可能であり、またあらかじめ調整した合金を蒸着させても良い。陽極および陰極のシート抵抗は低い方が好ましく、数百Ω/□以下が好ましい。

【0083】発光層の材料は、電界印加時に陽極または正孔注入層、正孔輸送層から正孔を注入することができると共に陰極または電子注入層、電子輸送層から電子を注入することができる機能や、注入された電荷を移動させる機能、正孔と電子の再結合の場を提供して発光させる機能を有する層を形成することができるものであればなんでも良い。発光層に用いる化合物としては本発明の化合物の他、例えばベンゾオキサゾール誘導体、ベンゾイミダゾール誘導体、ベンゾチアゾール誘導体、スチルベンゼン誘導体、ポリフェニル誘導体、ジフェニルブタジエン誘導体、テトラフェニルブタジエン誘導体、ナフタルイミド誘導体、クマリン誘導体、ペリレン誘導体、ペリノン誘導体、オキサジアゾール誘導体、アルダジン誘導体、ピラリジン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、ビスチリルアントラセン誘導体、キナクリドン誘導体、ピロロビリジン誘導体、チアジアゾロビリジン誘導体、スチリルアミン誘導体、芳香族ジメチリデン化合物、8-キノリノール誘導体の金属錯体、オルトメタル錯体や希土類錯体に代表される各種金属錯体など、ポリチオフェン、ポリフェニレン、ポリフェニレンビニレンなどのポリマー化合物などが挙げられる。発光層の膜厚は特に限定されるものではないが、通常1nm～5μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは5nm～1μmであり、更に好ましくは10nm～500nmである。

【0084】発光層の形成方法は特に限定されるものではないが、抵抗加熱蒸着、電子ビーム、スパッタリング、分子積層法、コーティング法(スピンドル法、キャスト法、ディップ法など)、LB法、インクジェット法、印刷法などの方法が用いられ、好ましくは抵抗加熱蒸着法、コーティング法である。

【0085】正孔注入層、正孔輸送層の材料は、陽極から正孔を注入する機能、正孔を輸送する機能、陰極から注入された電子を障壁する機能のいずれかを有しているものであれば良い。その具体例としては、本発明の化合物の他、例えばカルバゾール誘導体、イミダゾール誘導体、トリアゾール誘導体、オキサゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、ポリアリールアルカン誘導体、ピラゾリン誘導体、ピラゾロン誘導体、フェニレンジアミン誘導体、アリールアミン誘導体、アミノ置換カルコン誘

導体、スチリルアントラセン誘導体、フルオレノン誘導体、ヒドラゾン誘導体、スチルベン誘導体、シラザン誘導体、芳香族第三級アミン化合物、スチリルアミン誘導体、芳香族ジメチリディン化合物、ポルフィリン系化合物、ポリシラン系化合物、ポリ(N-ビニルカルバゾール) 誘導体、アニリン系共重合体、チオフェンオリゴマー、ポリチオフェンなどの導電性高分子オリゴマー、カーボン膜などが挙げられる。正孔注入層、正孔輸送層の膜厚は材質により特に限定されるものではないが、通常 1 nm～5 μm の範囲のものが好ましく、より好ましくは 5 nm～1 μm であり、更に好ましくは 10 nm～500 nm である。正孔注入層、正孔輸送層は上述した材料の 1 種または 2 種以上からなる単層構造であっても良いし、同一組成または異種組成の複数層からなる多層構造であっても良い。正孔注入層、正孔輸送層の形成方法としては、真空蒸着法や LB 法、インクジェット法、印刷法、前記正孔注入材料、正孔輸送材料を溶媒に溶解、または分散させてコーティングする方法(スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など)が用いられる。コーティング法の場合、樹脂成分と共に溶解または分散することができ、樹脂成分としては例えば、ポリ塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリメチルメタクリレート、ポリエステル、ポリスルホン、ポリフェニレンオキシド、ポリブタジエン、ポリ(N-ビニルカルバゾール)、炭化水素樹脂、ケトン樹脂、フェノキシ樹脂、ポリアミド、エチルセルロース、酢酸ビニル、ABS樹脂、ポリウレタン、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂などが挙げられる。

【0086】電子注入層、電子輸送層の材料は、陰極から電子を注入する機能、電子を輸送する機能、陽極から注入され得た正孔を障壁する機能のいずれかを有しているものであれば良い。その具体例としては、本発明の化合物の他、例えばトリアゾール誘導体、オキサゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、フルオレノン誘導体、アントラキノジメタン誘導体、アントロン誘導体、ジフェニルキノン誘導体、チオピランジオキシド誘導体、カルボジイミド誘導体、フルオレニリデンメタン誘導体、ジスチリルピラジン誘導体、ナフタレンペリレンなどの芳香環テトラカルボン酸無水物、フタロシアニン誘導体、8-キノリノール誘導体の金属錯体やメタルフタロシアニン、ベンゾオキサゾールやベンゾチアゾールを配位子とする金属錯体に代表される各種金属錯体などが挙げられる。電子注入層、電子輸送層の膜厚は特に限定されるものではないが、通常 1 nm～5 μm の範囲のものが好ましく、より好ましくは 5 nm～1 μm であり、更に好ましくは 10 nm～500 nm である。電子注入層、電子輸送層は上述した材料の 1 種または 2 種以上からなる単層構造であっても良いし、同一組成または異種組成の複数層からなる多層構造であっても良い。電子注

入層、電子輸送層の形成方法としては、真空蒸着法や LB 法、インクジェット法、印刷法、前記電子注入材料、電子輸送材料を溶媒に溶解、または分散させてコーティングする方法(スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など)が用いられる。コーティング法の場合、樹脂成分と共に溶解または分散することができ、樹脂成分としては例えば、正孔注入・輸送層の場合に例示したものが適用できる。

【0087】保護層の材料としては水分や酸素などの素子劣化を促進するものが素子内に入る事を抑止する機能を有しているものであれば良い。その具体例としては、In、Sn、Pb、Au、Cu、Ag、Al、Ti、Niなどの金属、MgO、SiO、SiO₂、Al₂O₃、GeO、NiO、CaO、BaO、Fe₂O₃、Y₂O₃、TiO₂などの金属酸化物、MgF₂、LiF、AlF₃、CaF₂などの金属フッ化物、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメチルメタクリレート、ポリイミド、ポリウレア、ポリテトラフルオロエチレン、ポリクロロトリフルオロエチレン、ポリジクロロジフルオロエチレン、クロロトリフルオロエチレンとジクロロジフルオロエチレンの共重合体、テトラフルオロエチレンと少なくとも 1 種のコモノマーを含むモノマー混合物を共重合させて得られる共重合体、共重合主鎖に環状構造を有する含フッ素共重合体、吸水率 1% 以上の吸水性物質、吸水率 0.1% 以下の防湿性物質などが挙げられる。保護層の形成方法についても特に限定ではなく、例えば真空蒸着法、スパッタリング法、反応性スパッタリング法、MBE(分子線エピタキシー)法、クラスターイオンビーム法、イオンプレーティング法、プラズマ重合法(高周波励起イオンプレーティング法)、プラズマ CVD 法、レーザー CVD 法、熱 CVD 法、ガスソース CVD 法、コーティング法、インクジェット法を適用できる。

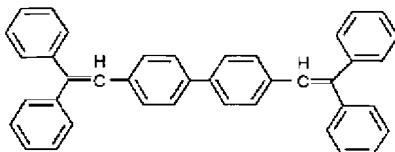
【0088】
【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれにより限定されるものではない。比較例 1. 25 mm × 25 mm × 0.7 mm のガラス基板上にITOを 150 nm の厚さで製膜したもの(東京三容真空(株)製)を透明支持基板とした。この透明支持基板をエッティング、洗浄後、NPD(N, N'-ビス(1-ナフチル)-N, N'-ジフェニルベンジン)約 40 nm、青色発光材料 B1 約 20 nm および電子輸送材料 ETM1 約 40 nm を順に 1.0 × 10⁻³～1.3 × 10⁻⁴ Pa の真空中で、約 0.4 nm/秒の蒸着速度で基板温度室温の条件下蒸着した。次いで有機薄膜上にパターニングしたマスク(発光面積が 5 mm × 5 mm となるマスク)を設置し、蒸着装置内でマグネシウム：銀 = 10 : 1 を 250 nm 共蒸着した後、銀 300 nm を蒸着し、素子を作成した。東陽テクニカ製ソースメジャーユニット 2400 を用いて、直流定電圧を EL 素子に印加し、発光させ、その輝度をトプロン社の輝度計 BM

8、発光波長とCIE色度座標を浜松ホトニクス社製スペクトルアナライザーパーマーを用いて測定した。その結果、発光波長が432nm、CIE色度座標が(0.19, 0.31)の青色発光が得られ、14Vで1950cd/m²の輝度が得られた。

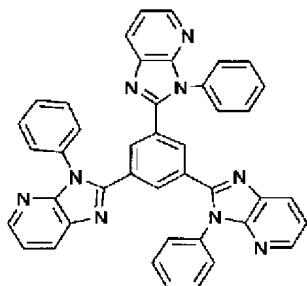
【0089】

【化40】

青色発光材料B1



電子輸送材料 ETM1



*【0090】実施例1、比較例1と同様に、ITO基板上にNPD約40nm、例示化合物1約20nmおよび電子輸送材料ETM1を約40nmを蒸着し、陰極を蒸着して素子を作製した。比較例1と同様に素子評価を行った結果、発光波長が428nm、CIE色度座標が(0.16, 0.22)の青色発光が得られ、12Vで2900cd/m²の輝度が得られた。

【0091】実施例2、比較例1と同様に、ITO基板上にNPD約40nm、例示化合物2約20nmおよび

10 電子輸送材料ETM1を約40nmを蒸着し、陰極を蒸着して素子を作製した。比較例1と同様に素子評価を行った結果、発光波長が429nm、CIE色度座標が(0.15, 0.24)の青色発光が得られ、12Vで2550cd/m²の輝度が得られた。

【0092】実施例3、比較例1、実施例1、実施例2で作製した素子について、アルゴンガスで置換したグローブボックス内に入れ、ガラス製の封止容器で紫外線硬化型接着剤(長瀬チバ製、XNR5493)を用いて封止した。該素子を外温85°Cの恒温層に20日間保管し、20 保管前後の発光特性を調べたところ、表1のような結果が得られた。

【0093】

【表1】

*

素子	素子作製直後の発光特性		85°C、500h放置後の発光特性	
	発光波長	最高輝度(駆動電圧)	発光波長	最高輝度(駆動電圧)
比較例1の素子	432nm	1950cd/m ² (14V)	素子白濁、評価不可	
実施例1の素子	428nm	2900cd/m ² (12V)	428nm	2450cd/m ² (13V)
実施例2の素子	429nm	2550cd/m ² (12V)	428nm	2120cd/m ² (12V)

【0094】表1の結果から明らかなように、本発明の化合物を含有する素子では、高温保存による劣化が少なく、過酷な条件下でも安定した性能を発揮できることがわかった。

【0095】これらの結果より、本発明の化合物を発光材料として用いた素子では、非ドープ型の素子でも高輝度な青色発光が得られることがわかった。特に、従来の素子に比べて高温での保存耐久性において著しい改善が見られた。

【0096】実施例4、比較例1と同様に洗浄処理したITO基板上に、ポリ(N-ビニルカルバゾール)を40mg、PBD(2-(4-ビフェニル)-5-(4-tert-ブチルフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール)を12mg、例示化合物1を0.5mg、1,2-ジクロロエタン3mlに溶解させてスピンドルにより塗布した。生成した有機薄膜の膜厚は約120*

30nmであった。有機薄膜上にバーニングしたマスク(発光面積が5mm×5mmとなるマスク)を設置し、蒸着装置内でマグネシウム:銀=10:1を250nm共蒸着した後、銀300nmを蒸着して発光素子を作製した。比較例1と同様に素子評価を行った結果、発光波長が444nm、CIE色度座標が(0.16, 0.19)の青色発光が得られ、15Vで1650cd/m²の輝度が得られた。

【0097】この結果、本発明の化合物を用いた素子では、通常発光輝度の低い塗布型素子でも高輝度発光が可能であり、非常に色純度の高い青色発光素子が得られることがわかった。

【0098】

【発明の効果】本発明により、従来に比較して色純度が優れ、保存耐久性にも優れた、高輝度な発光を示す非ドープ型青色発光素子を得ることができた。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7	識別記号	F I	アーマコート (参考)
C O 7 D 471/04	1 0 7	C O 7 D 471/04	1 0 7 K
487/04	1 4 4	487/04	1 4 4
H O 5 B 33/14		H O 5 B 33/14	B

F ターム (参考) 3K007 AB03 AB04 AB11 BB01 BB02
 BB05 CA01 CB01 CB03 DB03
 FA01
 4C050 AA01 BB05 CC08 EE04 FF05
 GG01 HH01
 4C065 AA04 BB06 CC01 DD03 EE02
 HH01 JJ01 KK02 KK07 LL01
 PP03 PP06 PP16 PP18 PP19

DERWENT-ACC-NO: 2002-398415

DERWENT-WEEK: 200243

COPYRIGHT 2010 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: New condensed heterocyclic compounds with strong blue fluorescence useful as luminescent device materials with excellent color purity, high luminance and repeated use stability capable of low voltage drive

INVENTOR: ISE T

PATENT-ASSIGNEE: FUJI PHOTO FILM CO LTD [FUJF]

PRIORITY-DATA: 2000JP-229125 (July 28, 2000)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
JP 2002038141 A	February 6, 2002	JA

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL- DATE
JP2002038141A	N/A	2000JP- 229125	July 28, 2000

INT-CL-CURRENT:

TYPE	IPC DATE
CIPP	H01L51/50 20060101
CIPS	C07D235/18 20060101
CIPS	C07D471/04 20060101
CIPS	C07D487/04 20060101
CIPS	C09K11/06 20060101
CIPS	H05B33/14 20060101

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 2002038141 A**BASIC-ABSTRACT:**

NOVELTY - A luminescent device material comprises heterocyclic compounds of specific formula.

DESCRIPTION - A luminescent device material comprises heterocyclic compounds of formula (I), (II), (III), (IV) and/or (V).

R1 = condensed polycyclic group in which at least two aromatic rings (containing a heterocycle) are condensed;

R2, R3 = H or substituent or R2 plus R3 = a ring;

Ar = arylene or divalent heterocyclic group;

X1 = O, S, Se, Te or N-R;

R = H or substituent;

Q2 = atomic group necessary to form an aromatic

ring;

X2 = O, S or N-R;

Q3 = atomic group necessary to form an heteroaromatic ring;

R' = H or substituent.

INDEPENDENT CLAIMS are also included for:

- (1) compounds of formula (IV) and (V); and
- (2) luminescent devices with a layer containing (I)-(V).

USE - The condensed heterocyclic compounds are useful for dyes for filters, photographic photosensitive materials, sensitization, pulp dyeing and lasers, color conversion filters, fluorescent reagents for medical diagnosis and luminescent materials and the luminescent devices are useful for back lights, flat panel displays, light sources, display devices, electrophotography, organic semiconductor lasers, light sources for recording, light exposure and readers, markers and sign boards.

ADVANTAGE - The condensed heterocyclic compounds have strong blue fluorescence and the luminescent device materials have excellent color purity, high luminance and repeated use stability, can emit high efficiently and can be driven at a low voltage and the undoped blue luminescent devices have excellent color purity and high luminance.

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

SPECIFIC COMPOUNDS

(19-1) is a specific compound.

A luminescent device consisting of a 300 nm Ag layer, a 250 nm Mg/Ag (10:1) alloy layer, a patterned mask, a 40 nm electron transport material layer, a 20 micron blue luminescent material layer of (19-1), a 40 nm layer of N,N'-bis (1-naphthyl)-N,N'-diphenylbenzidine, a 150 nm ITO layer and a glass substrate in this order emitted a blue light with a wavelength of 428 nm, a CIE color space of (0.16, 0.22) and a luminance on 12V of 2900 cd/m² respectively.

TITLE-TERMS: NEW CONDENSATION HETEROCYCLE
COMPOUND STRONG BLUE FLUORESCENT
USEFUL LUMINESCENT DEVICE MATERIAL
COLOUR PURE HIGH LUMINOUS REPEAT
STABILISED CAPABLE LOW VOLTAGE DRIVE

DERWENT-CLASS: E13 G04 L03 U11 U12 U14 W05 X26

CPI-CODES: E05-K; E06-D08; E06-E01; E06-F01;
E06-H; E07-D09B; E07-E01; E07-
F01; E07-H; G04-A; L03-C02C; L03-
G05F;

EPI-CODES: U11-A05B; U11-C18D; U12-B03C; U14-
J02D2;

CHEMICAL-CODES: Chemical Indexing M3 *01*
Fragmentation Code B634 B652 D010
D019 D020 D029 D040 D049 F010
F011 F012 F014 F015 F020 F021
F521 F610 F710 G001 G002 G011
G012 G013 G020 G021 G022 G029
G040 G100 G111 G221 G299 G331
G341 G430 G450 G470 H181 H201 M1
M112 M113 M114 M115 M116 M119
M210 M211 M212 M213 M214 M215
M216 M220 M221 M222 M223 M224
M225 M226 M231 M232 M233 M273
M280 M281 M320 M411 M412 M413
M510 M511 M512 M521 M522 M530
M531 M532 M540 M781 M782 Q337
Q344 Q454 R043 Ring Index Numbers
00123 05256 05262 06401 07392
42382 Markush Compounds 006147001

Chemical Indexing M3 *02*
Fragmentation Code B634 B652 D010
D012 D013 D019 D020 D029 D040
D049 D711 D820 D970 E260 E400
E470 E530 E600 E720 E730 E850
F010 F020 F021 G001 G002 G011
G012 G013 G020 G021 G022 G029
G040 G100 G111 G221 G299 G331
G341 G430 G450 G470 H181 H201 M1
M112 M113 M114 M115 M116 M119
M210 M211 M212 M213 M214 M215
M216 M220 M221 M222 M223 M224
M225 M226 M231 M232 M233 M273
M280 M281 M320 M411 M412 M511
M512 M513 M520 M521 M530 M531
M532 M540 M781 M782 Q337 Q344
Q454 R043 Ring Index Numbers
01116 01143 01157 01176 01192

05256 05262 06401 07392 42385
50397 59995 63763 Markush
Compounds 006147002

Chemical Indexing M3 *03*
Fragmentation Code D013 D820 G010
G013 G020 G112 G430 H1 H141 H2
H201 M1 M112 M113 M280 M320 M412
M511 M520 M533 M540 M710 M781
M782 Q337 Q344 Q454 R043 Ring
Index Numbers 01192 05262
Specific Compounds RA6WSI
Registry Numbers 533752

Chemical Indexing M3 *04*
Fragmentation Code D010 D011 D012
D013 D014 D019 D020 D029 D040
D049 D820 F010 F020 F021 G001
G002 G010 G011 G012 G013 G014
G015 G016 G017 G018 G020 G021
G022 G029 G040 G100 G111 G221
G299 G331 G341 G430 G450 G470
H181 H201 M1 M112 M113 M114 M115
M116 M119 M210 M211 M212 M213
M214 M215 M216 M220 M221 M222
M223 M224 M225 M226 M231 M232
M233 M273 M280 M281 M320 M412
M511 M512 M513 M520 M521 M530
M531 M532 M540 M710 M781 M782
Q337 Q344 Q454 R043 Ring Index
Numbers 01192 05256 05262 06401
07392 Markush Compounds 006147003

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: 2002-112168

Non-CPI Secondary Accession Numbers: 2002-312524

